

## PRODUCTION OF SILICON SINGLE CRYSTAL AND SILICON SINGLE CRYSTAL WAFER

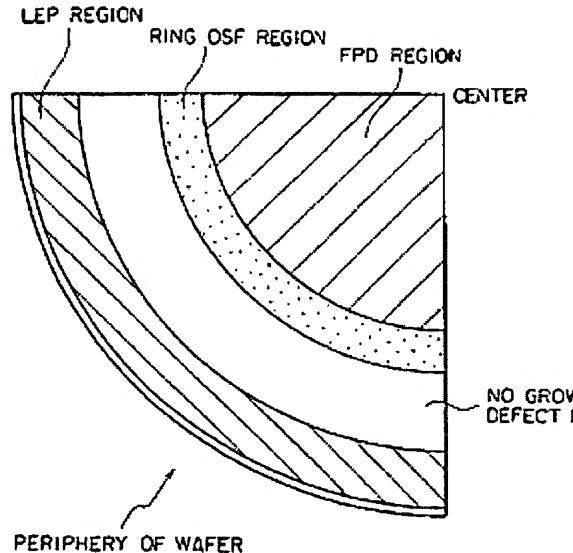
**Patent number:** JP11199387      **Also published as**  
**Publication date:** 1999-07-27       US617436  
**Inventor:** YAMANAKA HIDEKI; SAKURADA MASAHIRO; HORIE SHINICHI  
**Applicant:** SHIN ETSU HANDOTAI CO LTD  
**Classification:**  
 - **international:** C30B29/06; C30B15/20  
 - **european:**  
**Application number:** JP19980021410 19980119  
**Priority number(s):**

[Report a data error](#)

### Abstract of JP11199387

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a method for producing a high-quality silicon single crystal having no growth defect in the whole region of wafer and slight variation of precipitated amount of oxygen by pulling up the crystal while controlling a pulling up speed being a variable having both commonality and generality and to obtain the silicon single crystal produced by the method.

**SOLUTION:** In a method for growing a silicon single crystal by a czochralski method, a crystal pulling up speed is controlled to grow the crystal while controlling the speed between a transition pulling up speed  $P_c$  at which a transition from a zone in which an atomic vacancy is excessive but no growth defect exists to a zone in which an interstitial silicon atom is excessive but no its aggregate exists occurs and a transition pulling up speed  $P_i$  at which a transition from a zone in which an interstitial silicon atom is excessive but no its aggregate exists to a zone in which the aggregate of the interstitial silicon atom exists occurs. The silicon single crystal is obtained by the method. A silicon single crystal wafer is obtained from the silicon single crystal.



Data supplied from the **esp@cenet** database - Patent Abstracts of Japan

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-199387

(43) 公開日 平成11年(1999)7月27日

(51) Int.Cl.<sup>a</sup>  
C 30 B 29/06  
15/20

識別記号  
502

F I  
C 30 B 29/06  
15/20

502 J

審査請求 未請求 請求項の数9 FD (全13頁)

(21) 出願番号 特願平10-21410

(22) 出願日 平成10年(1998)1月19日

(71) 出願人 000190149  
信越半導体株式会社  
東京都千代田区丸の内1丁目4番2号  
(72) 発明者 山中 秀記  
福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平  
150 信越半導体株式会社白河工場内  
(72) 発明者 桜田 昌弘  
福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平  
150 信越半導体株式会社白河工場内  
(72) 発明者 堀江 信一  
福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平  
150 信越半導体株式会社白河工場内  
(74) 代理人 弁理士 好宮 幹夫

(54) 【発明の名称】 シリコン単結晶の製造方法およびシリコン単結晶ウエーハ

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 ウエーハ全域において成長欠陥がなく、しかも酸素析出量のばらつきの少ない、高品質のシリコン単結晶を、共通性と一般性を持った変数である引き上げ速度P<sub>t</sub>を制御しつつ結晶を引き上げることによって製造する方法とその方法によって製造されるシリコン単結晶を提供する。

【解決手段】 チョクラルスキー法によってシリコン単結晶を育成する際に、結晶引き上げ速度を、原子空孔過剰であるが成長欠陥のない領域から格子間シリコン原子過剰であるがその凝集体の存在しない領域への遷移が起こる遷移引き上げ速度P<sub>c</sub>と、格子間シリコン原子過剰であるがその凝集体の存在しない領域から格子間シリコン原子の凝集体が存在する領域への遷移引き上げ速度P<sub>i</sub>との間で制御しながら結晶を育成することを特徴とするシリコン単結晶の製造方法、およびこの方法で得られるシリコン単結晶、シリコン単結晶ウエーハ。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 チョクラルスキー法によってシリコン単結晶を育成する際に、格子間シリコン原子過剰であるがその凝集体の存在しない領域で結晶を育成することを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。

【請求項2】 チョクラルスキー法によってシリコン単結晶を育成する際に、結晶引き上げ速度を、原子空孔過剰であるが成長欠陥のない領域から格子間シリコン原子過剰であるがその凝集体の存在しない領域への遷移が起こる遷移引き上げ速度Pcと、格子間シリコン原子過剰であるがその凝集体の存在しない領域から格子間シリコン原子の凝集体が存在する領域への遷移引き上げ速度Piとの間で制御しながら結晶を育成することを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。

【請求項3】 原子空孔過剰であるが成長欠陥のない領域から格子間シリコン原子過剰であるがその凝集体のない領域への遷移点が結晶の径方向によって変化する場合には、その遷移点に対応する遷移引き上げ速度の中で最も小さい遷移引き上げ速度(Pc,min)と、格子間シリコン原子過剰であるがその凝集体の存在しない領域から格子間シリコン原子の凝集体が存在する領域への遷移点に対応する遷移引き上げ速度(Pi,max)との間で、結晶引き上げ速度を制御しながら結晶を育成することを特徴とする請求項2に記載のシリコン単結晶の製造方法。

【請求項4】 原子空孔過剰であるが成長欠陥のない領域から格子間シリコン原子過剰であるがその凝集体のない領域への遷移点が結晶の径方向によって変化する場合には、その遷移点に対応する遷移引き上げ速度の中で最も大きい遷移引き上げ速度(Pc,max)と最も小さい遷移引き上げ速度(Pc,min)との差のPc,minに対する割合を0%~7%とすることを特徴とする請求項2または請求項3に記載のシリコン単結晶の製造方法。

【請求項5】 シリコン融液と結晶との界面直上の結晶成長軸方向温度勾配Gの半径方向での最大値Gmaxと最小値Gminとの差のGminに対する割合を20%以下とすることを特徴とする請求項2ないし請求項4のいずれか1項に記載のシリコン単結晶の製造方法。

【請求項6】 請求項2ないし請求項5のいずれか1項に記載のシリコン単結晶の製造方法において、前記PcとPiおよびPc,maxとPc,minならびにPi,maxを、予め行なう単結晶の引き上げ中に引き上げ速度を漸次減少せながら結晶を育成し、育成された単結晶棒から、結晶中心軸を通り結晶成長軸方向に平行に縦切りされた試料を切り出し、表面加工歪みを除去するためにエッチング処理を施し、これに酸素析出熱処理を行なって、試料内の欠陥の分布を求めるか、少数キャリアのライフタイムの測定を行い、試料内のライフタイムの分布を求ることにより決定することを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。

【請求項7】 請求項1ないし請求項6に記載した製造方法によって製造されたシリコン単結晶。

【請求項8】 請求項1ないし請求項6に記載した製造方法によって製造されたシリコン単結晶から得られるシリコン単結晶ウエーハ。

【請求項9】 チョ克拉ルスキー法によって育成されるシリコン単結晶ウエーハであって、ウエーハ全域において格子間シリコン原子を過剰に含有し、過剰な原子空孔に起因する異常酸素析出領域を含まず、原子空孔の凝集体である成長欠陥および格子間シリコン原子の凝集体、ならびに熱酸化処理を施した際に形成される酸化誘起積層欠陥の核となる結晶欠陥を含有しないシリコン単結晶ウエーハ。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、半導体集積回路素子等の製造に用いられるシリコン単結晶の製造方法およびシリコン単結晶ウエーハに関する。

## 【0002】

【従来の技術】 半導体集積回路素子の基板として用いられるシリコン単結晶ウエーハは、主にチョ克拉ルスキー法(CZ法)によって製造されている。CZ法とは、石英ルツボ内で1420°C以上の高温で溶融されたシリコン融液にシリコン単結晶の種結晶を浸漬させ、石英ルツボと種結晶を回転させながら徐々に種結晶を引き上げることによって、円柱状のシリコン単結晶を育成する方法である。一般に育成する結晶の直径が大きくなるほど、融液が固化する際に放出される固化潜熱が大きくなるために、引き上げ速度を小さくする必要がある。たとえば、直径200mmの結晶の引き上げ速度は、一般には0.40~1.5mm/minである。このようにして製造されるシリコン単結晶から作製されるウエーハに1000°C以上の高温熱酸化処理を施すと、ウエーハにリング状にOSFと呼ばれる酸化誘起積層欠陥(以下、リングOSFと略記する)が形成されることがある。

【0003】 しかし、比較的高い引き上げ速度で製造されたシリコン単結晶ウエーハでは、リングOSFがウエーハの外側に抜けたか、あるいはウエーハ最外周に存在することとなり、ウエーハ内部には、シリコン原子の抜けた格子点である原子空孔が固液界面で過剰に取り込まれ、結晶冷却中に凝集して観察可能な欠陥に成長する。これを成長欠陥という。布施川等(特開平4-192345号)が、欠陥を選択的に腐食するセコエッチング液によって、この成長欠陥がはじめて観察可能であることを示した。これをFPD(Flow Pattern Defect)と呼んでいる。その後、別の方法による検出が検討され、COP(Crystal Originated Particle)、LSTD(Laser Scatterin g Tomograph Defect)と呼ばれる欠陥も登場したが、最近の研究ではこれらは同一の実体であることが明らかとなつた。すなわち、原子空孔が凝集した正八面体の空洞

(void,あるいはNegative crystal)と呼ばれることもある)であることが電子顕微鏡観察によって解析された。【0004】この成長欠陥の大きさは大きなもので0.2 μmであり、デバイスの集積度が小さく、デザインルールが1 μm以上の時代には、デバイスの歩留まりにほとんど影響しなかったが、それが1 μm以下になってくるとデバイスへ悪影響を及ぼすことが明らかとなった。成長欠陥がデバイス活性層の中やその近くに存在すると、接合リーケ不良を起こす。ウエーハ表面に存在すると酸化膜耐圧不良や接合リーケ不良を起こす。今後、デバイスの集積度はさらに大きくなるため、この成長欠陥の密度と大きさの低減、あるいは消滅、さらには形成させないことが必要である。

【0005】この原子空孔起因の成長欠陥を形成させない試みとして、ウエーハ外周にあるリングOSFをウエーハ(結晶)中央部に収縮させた、いわゆる低速引き上げ結晶の開発と試作が1990年頃におこなわれた。結晶製造メーカーでは、経験的な知見として、引き上げ速度を小さくするほどリングOSFのリング径が小さくなり、ある引き上げ速度以下になると結晶中央部で収縮することが周知であった。しかし、表面に形成されるOSFが最も大きくなるため、表面に形成されるデバイスに悪影響を及ぼすということと、低速引き上げ化による結晶の生産性低下という問題のために、引き上げ速度を低速化することによるウエーハの製造は回避されていた。

【0006】このような状況の中で、引き上げ速度を小さくするとリングOSFが結晶中央部に収縮消滅することを篠山等が文献として公表した(応用物理60号、p. 766, 1991年)。また、日月等は、リングOSFが存在するウエーハの内側で酸化膜耐圧不良が起こるが、その外側では不良が起らないことを発表した(応用物理学会結晶工学分科会、第7回結晶工学シンポジウム、p. 27, 1990年)。この発表をきっかけとして、低速引き上げ結晶の開発、試作が行われるようになった。その結果として、フォン・アモン(W.V.Amon)等は、リングOSFが結晶中央部に収縮する引き上げ速度Pcrit(mm/min)は、成長軸方向の結晶側中心温度勾配G(°C/mm)に比例し、 $P_{crit}/G = 0.13 \text{ mm}^2 / (\text{°C} \cdot \text{min})$ で与えられることを実験的に求め公表した(特開平7-257991、またはJournal of Crystal Growth vol. 151, p.273-277, 1995)。これは、ボロンコフが提唱した理論、すなわち、過剰な点欠陥の種類と濃度はP/Gで決まるという理論(V. V. Voronkov: Journal of Crystal Growth, vol. 59, p. 625, 1982)を実験的に示した最初の仕事である。

【0007】しかし、リングOSFの外側、あるいはリングOSFの収縮消滅したウエーハ(これはリングOSFの外側が全面に広がったウエーハと同じなので、以下、リングOSFの外側と総称する)には、原子空孔起因の成長欠陥であるFPDとは、大きさと形状が全く異なる選択エッチングピットが観察されることを、結晶製造メーカーで

は承知していた。酸化膜耐圧には影響しないということで、初期のうちは問題とはしなかったが、デバイス歩留まりでリーケに起因した不良が発生することが明らかとなり、この大きな選択エッチングピット(ここでは、Large Etch Pitと呼び、LEPと略記する:格子間型転位ループ、転位クラスター、ラージディスロケーションと呼ばれることがある。)のもととなる結晶欠陥(以下、その結晶欠陥もLEPと略記する。)も存在しないウエーハが必要となった。

【0008】このようにリングOSFの領域を境として、全く異種の結晶欠陥が形成されることが明らかとなつた。現在では、上述したようにリングOSFの内側の成長欠陥であるFPDは原子空孔の凝集した空洞であることが明らかとなっているが、その外側に低密度に存在するLEPについての実体はまだ解明されていない。フローティングゾーン法(FZ法)における結晶欠陥の研究結果との対比から、LEPは格子間シリコン原子の凝集体で、転位ループとそのクラスターであろうと予測されている。これも結晶冷却中に形成されることから成長欠陥である。

【0009】このような経緯により、FPDとLEPおよびリングOSFも存在しないウエーハの開発が結晶製造メーカーでは、重要な課題となつた。

【0010】一方、宝来等から、FPDとLEPおよびリングOSFの存在しないウエーハの可能性を示唆するデータが公表された(M. Hourai et al.: Progress in Semiconductor Fabrication, SEMICON/Europe, 1993 Technical Conference, Geneva, March/April, 1993)。そのデータを図1に示す。これはウエーハ表面より銅を熱拡散させ結晶欠陥に装飾させて、X線トポグラフ撮影をおこなったウエーハの約4分の1のスケッチ図である。リングOSF領域とLEP(転位ループおよびそのクラスター)領域との間に結晶欠陥の存在しない領域があることがわかる。すなわち、リングOSFの外側にFPDもLEP(転位クラスター)もない領域を形成して、結晶育成条件によってさらにその領域を拡大できることを示唆した。

【0011】その後、宝来等によって、チョクラルスキー法により育成されたシリコン単結晶ウエーハであって、熱酸化処理をした際にリング状に発生する酸化誘起積層欠陥(リングOSF)がウエーハ中央部で消滅した低速育成ウエーハであり、かつウエーハ全面から転位クラスターが排除されていることを特徴とするシリコン単結晶ウエーハが発明された(特開平8-330316号)。さらに、このようなウエーハは、引き上げ速度をP(mm/min)とし、シリコンの融点から1300°Cまでの引き上げ軸方向の温度勾配の平均値をG(°C/mm)とするとときに、P/Gの値を0.20~0.22mm<sup>2</sup>/°C·minに制御することによって実現できることを提案した。

【0012】その中で、P/Gが0.22mm<sup>2</sup>/°C·minとなるときにリングOSFが結晶中央部に収縮するとしてい

る。これは先述のフォン・アモン等の値と比べると1.7倍大きい。また、中村等の発表では、 $P_{crit}/G = 0.15 \text{ mm}^2 / (\text{C} \cdot \text{min})$  である（日本結晶成長学会誌、Vol.24, N o.4, P22, 1997）。このように、 $P_{crit}/G$  の値は、発表機関によって大きく異なる。

【0013】宝来等の提案したウエーハが実現できるかどうかは明らかでないが、上で述べたように1993年に公表された写真（図1参照）を見ると、実際にリングOSFの外側に転位クラスターもFPDもない領域があることは事実である。

【0014】以上の内容は、原子空孔と格子間シリコン原子に起因する成長欠陥の低減と消去についての最近の技術状況であるが、CZ法によるシリコン単結晶において従来よりデバイスに重要な影響を与える結晶欠陥は酸素析出物であり、その制御技術はデバイスプロセスにおいて重要な技術である。近年、デバイス熱プロセスが低温化しており、その酸素析出物の密度の制御はより重要になっている。

【0015】CZ法では石英ルツボが使用されるため、酸素は石英ルツボからシリコン融液に溶け込み、結晶中に取り込まれる。そして、結晶冷却中に過飽和となり、酸素の凝集が起こる。凝集は650 °Cと500 °C付近で最も促進する。したがって、この酸素析出物の核形成は結晶冷却中の低温の熱履歴を受けて起こるため、結晶の上部と下部では酸素析出核の密度が大きく異なる。もちろんのこと、酸素析出核密度は、結晶中に取り込まれる過飽和酸素濃度に依存し、その濃度が高いほど増加する。したがって、ウエーハメーカーでは、過飽和酸素濃度の精密制御が要求されている。

【0016】結晶製造中に形成された酸素析出核は、その後のデバイス熱プロセス中に過飽和酸素がそれらの核に析出してより大きな酸素析出物へと成長する。酸素析出物は、デバイス製造プロセス中に装置等の外部から汚染する重金属をゲッタリングする重要な役目をもつ。一方で、析出物が高密度に形成されると、デバイス活性層中あるいはその近傍にまで存在し、接合リード不良の原因となる。従来の熱プロセスでは1200°Cという高温処理が全熱処理工程の比較的初期の段階にあり、結晶製造中に形成された酸素析出核のかなりの量が再溶解しており、ウエーハに潜在的に含まれていた酸素析出核の密度のウエーハ間、換言すれば結晶間あるいは結晶位置間の差は消去されていた。しかし、最近では初期の熱処理が低温化され、1000~1050°Cとなっており、結晶製造中に形成された酸素析出核は溶解されることなく、そのまま成長するプロセスとなっている。このため結晶製造中の酸素析出核の密度の制御が、従来以上に重要視されている。したがって、結晶製造中に起こるウエーハ間の酸素析出核の密度のばらつきを抑制する方法の発明が必要である。

【0017】

【発明が解決しようとする課題】前述のように、引き上げ速度を小さくしていくとリングOSFの径が小さくなり、ある引き上げ速度で結晶中央部で収縮消滅することは、結晶製造メーカーで結晶製造に携わる人たちの中では周知の事実である。また、リングOSFの内側には、原子空孔の凝集体である空洞が成長欠陥として形成されることも事実である。また、宝来等が公表したように、リングOSFの外側は格子間シリコン原子の凝集体であるLEP（転位ループとそのクラスター）が形成されることも公知である。また、宝来等は、リングOSF周縁部とその外側のLEP領域との間に成長欠陥FPDの存在しない領域があるという知見を発展させて、それをウエーハ全域に広げることを提案した。

【0018】宝来等の発明では、無欠陥の領域をウエーハ全面、あるいは結晶全長に広げる方法については、P/Gの範囲で規定しているが、Gの値は実際の結晶成長時の値ではなく総合伝熱解析シミュレーションによるものであるため、結晶製造メーカーの間で一般性をもった値とはならない。上述したように、リングOSFが結晶中央部に収縮する $P_{crit}/G$ の値が機関によって違う値になることが、そのことを裏付けていると言える。Gの値は、各機関で開発したシミュレーションソフトを用いるか、あるいは市販のシミュレーションソフト（たとえば、FEMAGと呼ばれるソフト：F. Dupret et al; Journal of Heat Transfer, vol. 33, p. 1849, 1990）を用いるかによって異なる。さらには、有限要素メッシュの作成の仕方、境界条件ならびに勾配の定義の仕方によってもGは異なる値となってしまう。

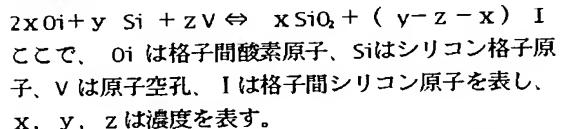
【0019】したがって、P/Gの値は一般性および共通性をもたせて制御する変数としては適切ではない。一般に、Gの値は結晶成長中に制御する変数ではなく、設計した炉内保温構造に対して与えられるパラメータであり、これを結晶引き上げ中に変更制御することはきわめて難しい。また、その絶対値についても、共通性、一般性がないため、シミュレーションで求めるGの値については、各機関内で相対値として用いるべきである。これに対して引き上げ速度はどの機関でも共通の変数であり、実際に制御しているものであるから、変数として適切である。

【0020】一方、過剰な点欠陥の種類とその量はP/Gで決まるという、ボロンコフの理論を完全に否定する理論、あるいは実験事実はまだない。しかし、点欠陥の種類の遷移が起こる臨界値を具体的な数値として与える理論ではないうえに、点欠陥の凝集体である成長欠陥の形成が起こるP/Gの数値を与える理論でもない。また、たとえ、遷移点がP/Gの値だけで決まるという実験結果が得られたとしても、いかなる炉内保温構造に対しても同じP/Gで遷移するということを実証することはきわめて困難である。なぜならば、Gの値が、解析機関によって異なるから、共通性、一般性がないからである。

【0021】このような状況からすると、成長欠陥の形成領域と無欠陥領域の境界をP/Gではなく、実際の制御変数である引き上げ速度Pによって決定する一般的な方法を見出すことができれば、実際の結晶製造ではきわめて有効であり、一般的な方法であるがゆえに、各機関間の共通性もあり、簡単かつ実用性のきわめて高い方法となる。

【0022】一方、上述したように、宝来等はリングOSF周縁部とその外側のLEP領域との間に成長欠陥FPDの存在しない領域があるという知見を発展させて、それをウェーハ全域に広げることを提案した。しかし、この領域についての酸素析出挙動については、明らかにされていない。

【0023】過剰な点欠陥の遷移点が、この無欠陥領域の中にあれば、この無欠陥領域の中に原子空孔が過剰な領域が存在することになり、酸素析出量が異常に高くなる可能性があることになる。なぜなら、酸素析出量は過剰な原子空孔と過剰な格子間シリコン原子濃度に依存するからである。次の式で示されるように、酸素析出物（たとえば、 $\text{SiO}_2$ ）は原子空孔濃度が過剰になると促進され、一方、格子間シリコン原子濃度が過剰になると抑制される。



【0024】このことは定性的に次のように説明できる。シリコン母結晶のなかで、酸素析出物が形成されると、その体積が約2.25倍に膨張する。これによって発生する格子歪みを緩和するために格子間シリコン原子が放出される。原子空孔が過剰であると、放出される格子間シリコン原子を吸収することができるため、酸素の析出は促進する。格子間シリコン原子が過剰であれば、放出される格子間シリコン原子の吸収が起らなかったために酸素析出は抑制されるのである。

【0025】酸素析出が促進する領域と抑制される領域とでは、酸素析出量のばらつきに差が生じる可能性がある。換言すれば、熱履歴の影響を受けやすいか、受け難いかの差が生じると予測される。デバイスプロセスの設計を行う立場からすれば、ウェーハ毎に酸素析出物の密度が異なることは最も避けたいことの一つである。酸素析出物の密度がウェーハ間でばらつかないことが必要である。

【0026】本発明は、上記のような問題点に鑑みなされたもので、ウェーハ全域において成長欠陥がなく、しかも酸素析出量のばらつきの少ない、高品質のシリコン単結晶を、共通性と一般性を持った変数である引き上げ速度Pを変数として、過剰な点欠陥領域の遷移点およびリングOSFならびに成長欠陥の形成領域の遷移点を明確にすることによって最適領域を見出し、その領域に対応

する引き上げ速度の範囲内で引き上げ速度を制御しつつ結晶を引き上げることによって製造するという方法とその方法によって製造されるシリコン単結晶およびシリコン単結晶ウェーハを提供することを目的とする。

#### 【0027】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するため、本発明の請求項1に記載した発明は、チョクラルスキー法によってシリコン単結晶を育成する際に、格子間シリコン原子過剰であるがその凝集体の存在しない領域で結晶を育成することを特徴とするシリコン単結晶の製造方法である。

【0028】このように、シリコン単結晶を育成する際に、格子間シリコン原子過剰であるがその凝集体の存在しない領域のみで結晶を育成するようすれば、シリコン単結晶の全域において格子間シリコン原子を過剰に含有するが、過剰な原子空孔に起因する異常酸素析出領域を含まず、原子空孔の凝集体である成長欠陥および格子間シリコン原子の凝集体、ならびに熱酸化処理を施した際に形成される酸化誘起積層欠陥の核となる結晶欠陥を含有しないシリコン単結晶を製造することができる。

【0029】また、本発明の請求項2に記載した発明は、チョクラルスキーフ法によってシリコン単結晶を育成する際に、結晶引き上げ速度を、原子空孔過剰であるが成長欠陥のない領域から格子間シリコン原子過剰であるがその凝集体の存在しない領域への遷移が起こる遷移引き上げ速度Pcと、格子間シリコン原子過剰であるがその凝集体の存在しない領域から格子間シリコン原子の凝集体が存在する領域への遷移引き上げ速度Piとの間で制御しながら結晶を育成することを特徴とするシリコン単結晶の製造方法である。

【0030】請求項1のように、シリコン単結晶を育成する際に、格子間シリコン原子過剰であるがその凝集体の存在しない領域のみで結晶を育成するには、結晶軸方向の温度勾配その他の因子を制御するよりもよいが、請求項2のように結晶引き上げ速度を制御することによって、該品質のシリコン単結晶を育成するようすれば、簡単かつ確実に所望品質のシリコン単結晶を得ることが出来るし、不確かなシミュレーション解析等も必要ない。

【0031】この場合、請求項3に記載したように、原子空孔過剰であるが成長欠陥のない領域から格子間シリコン原子過剰であるがその凝集体のない領域への遷移点が結晶の径方向によって変化する場合には、その遷移点に対応する遷移引き上げ速度の中で最も小さい遷移引き上げ速度（Pc,min）と、格子間シリコン原子過剰であるがその凝集体の存在しない領域から格子間シリコン原子の凝集体が存在する領域への遷移点に対応する遷移引き上げ速度の中で最も大きい遷移引き上げ速度（Pi,max）との間で、結晶引き上げ速度を制御しながら結晶を育成するようにする必要がある。

【0032】通常、原子空孔過剰であるが成長欠陥のない領域から格子間シリコン原子過剰であるがその凝集体のない領域への遷移点は、結晶の径方向によって変化することが多く、このような場合には、上記Pc.minと、Pi.maxとの間で結晶引き上げ速度を制御しながら結晶を育成しなければ、ウェーハにした場合に全面を所望無欠陥領域とすることが出来ない。

【0033】そして、請求項4に記載したように、原子空孔過剰であるが成長欠陥のない領域から格子間シリコン原子過剰であるがその凝集体のない領域への遷移点が結晶の径方向によって変化する場合には、その遷移点に対応する遷移引き上げ速度の中で最も大きい遷移引き上げ速度(Pc.max)と最も小さい遷移引き上げ速度(Pc.min)との差のPc.minに対する割合を0%~7%とするようにし、また、請求項5に記載したように、シリコン融液と結晶との界面直上の結晶成長軸方向温度勾配Gの半径方向での最大値Gmaxと最小値Gminとの差のGminに対する割合を20%以下とするようにする。

【0034】このように、遷移点が結晶の径方向によって変化する場合には、上記Pc.maxおよびPc.minの条件、あるいはGmaxとGminとの条件とすることによって、格子間シリコン原子過剰であるがその凝集体の存在しない領域のみの所望品質の結晶を引き上げるための引き上げ速度の制御が可能となる。

【0035】そして、本発明において、具体的なPcとPiおよびPc.maxとPc.minならびにPi.maxの値は、請求項6に記載したように、予め行なう単結晶の引き上げ中に引き上げ速度を漸次減少させながら結晶を育成し、育成された単結晶棒から、結晶中心軸を通り結晶成長軸方向に平行に縦切りされた試料を切り出し、表面加工歪みを除去するためにエッチング処理を施し、これに酸素析出熱処理を行なって、試料内の欠陥の分布を求めるか、少数キャリアのライフタイムの測定を行い、試料内のライフタイムの分布を求ることにより決定するようとする。

【0036】このような方法によれば、原則としてどのような炉内保温構造の引き上げ機においても、PcとPiおよびPc.maxとPc.minならびにPi.maxを、簡単かつ正確に決定することができる。しかも、複雑な計算や不確定要素、不正確な前提に基づくシミュレーション等は一切必要なく、得られた値に従って引き上げ速度を制御して結晶を育成すれば、確実に所望品質の結晶を得ることが出来る。

【0037】したがって、本発明の方法によって、格子間シリコン原子過剰であるがその凝集体の存在しない領域のみの品質を有するシリコン単結晶(請求項7)を効率よく得ることができ、このシリコン単結晶から得られるシリコン単結晶ウェーハ(請求項8)は、請求項9のように、ウェーハ全域において格子間シリコン原子を過剰に含有し、過剰な原子空孔に起因する異常酸素析出領域を含まず、原子空孔の凝集体である成長欠陥および格

子間シリコン原子の凝集体、ならびに熱酸化処理を施した際に形成される酸化誘起積層欠陥の核となる結晶欠陥を含有しないシリコン単結晶ウェーハとなる。

【0038】以下、本発明につき更に詳細に説明する。本発明では、まず結晶引き上げ速度に対する点欠陥の種類の遷移点および成長欠陥領域の遷移点ならびにリングOSF領域の遷移点を次のようにして決める。すなわち、結晶引き上げ中に単位長さあたりの引き上げ速度の変化量γ(mm/min/cm)を一定にして引き上げ速度を漸次減少させながら結晶を育成し、結晶中心軸を通り、結晶成長軸方向に平行に縦切りされた試料を作製する。この試料を、切断時に導入される加工歪みを除去するために、フッ酸(HF)と硝酸(HNO<sub>3</sub>)からなる混酸溶液に浸漬する。次に、試料に酸素析出熱処理を施し、X線トポグラフ法による解析を行い、試料内の欠陥の分布を調べるか、あるいは、少数キャリアのライフタイム法による測定を行い、試料内のライフタイムの分布を調べることによって、各遷移点を分布図より決定することができる。

【0039】上記の方法においては、単位長さあたりの引き上げ速度の変化量を一定にして引き上げ速度を漸次減少させたが、その変化量を一定にすることは必ずしも必要な要件ではない。しかし、変化量を一定とした方が、各条件で育成される結晶を相対的に評価するには都合がよい。

【0040】こうして求めた欠陥分布図の一例を図2に示す。領域Aは成長欠陥FPDの形成される領域である。これは、上述の試料で酸素析出熱処理を施されていない試料にセコエッティングを施し、表面を観察することによって確認できる。領域BはリングOSFが形成される領域である。領域Cは成長欠陥のFPDとLEPが観察されない領域で無欠陥領域であるが、酸素析出が起こる領域である。領域Dも成長欠陥のFPDとLEPが観察されない領域で無欠陥領域であるが、酸素析出がほとんど起こらない領域である(本発明の所望品質領域)。領域EはLEPが形成し始める領域であり、わずかに酸素析出が起こっている。領域Fは成長欠陥のLEPが観察される領域であり、酸素析出がほとんど起こらない領域である。

【0041】X線トポグラフ像のコントラストの強弱と少数キャリアのライフタイムの大小を各領域で比較することによって、酸素析出量の大小を比較すると、大きい順に、領域C、領域A、領域E、領域B、領域DとFとなる。前述したように、格子間シリコン原子が過剰になると酸素析出は抑制されることから、酸素析出が抑制された領域DとEとFが格子間シリコン原子が過剰な領域であると判定できる。したがって、無欠陥領域の中に格子間シリコン原子過剰領域と原子空孔過剰領域があり、その境界を酸素析出量の差あるいは少数キャリアのライフタイムの測定から判定できる。本発明の製造方法では、まずこうして欠陥分布図を求め、各引き上げ速度因子を知るようとする。

【0042】次に、本発明のシリコン単結晶の製造方法およびこれから得られるシリコン単結晶、シリコン単結晶ウエーハについて詳述する。図2に示された無欠陥領域の領域Cと領域Dに相当する引き上げ速度にて作製された数多くの試料について、酸素析出量を調べると図3のようになる。白丸で示された領域Cの酸素析出は、析出量が多いとともにばらつきも大きい。黒丸で示された領域Dの酸素析出は、抑制され析出量が少ないとともに、ばらつきも小さく、初期酸素濃度だけでほぼ析出量が決まるという理想的な挙動を示めしている。

【0043】したがって、本発明では、この領域Dの範囲内で結晶を引き上げれば、所望品質のシリコン単結晶、シリコン単結晶ウエーハを得ることができることになる。すなわち、チョクラルスキ法によって育成されるシリコン単結晶およびシリコン単結晶ウエーハであり、全域において格子間シリコン原子を過剰に含有し、過剰な原子空孔に起因する異常酸素析出領域を含まず、原子空孔の凝集体である成長欠陥および格子間シリコン原子の凝集体、ならびに熱酸化処理を施した際に形成される酸化誘起積層欠陥の核となる結晶欠陥を含有しないシリコン単結晶およびシリコン単結晶ウエーハが実現される。

【0044】これを、引き上げ速度で言うと、図2において、領域Cと領域Dとの境界で、原子空孔過剰であるが成長欠陥のない領域、すなわち、異常酸素析出領域から格子間シリコン原子過剰であるがその凝集体の存在しない領域への遷移が起こり、そのときの引き上げ速度を $P_c$ とする。領域Dと領域Eとの境界で、格子間シリコン原子過剰であるが凝集体の存在しない領域から、格子間シリコン原子の凝集体の存在する領域への遷移が起こり、そのときの引き上げ速度を $P_i$ とする。

【0045】すると、本発明のD領域のみの所望品質を持った、シリコン単結晶およびシリコン単結晶ウエーハは、結晶引き上げ速度を、原子空孔過剰であるが成長欠陥のない領域、すなわち異常酸素析出領域から格子間シリコン原子過剰であるがその凝集体の存在しない領域への遷移が起こる遷移引き上げ速度 $P_c$ と格子間シリコン原子過剰であるがその凝集体の存在しない領域から格子間シリコン原子の凝集体が存在する領域への遷移引き上げ速度 $P_i$ との間に制御しながら育成するという方法によって製造できる。

【0046】このような操作を各炉内保温構造で行なえば、原則として、どのような引き上げ装置、炉内構造においても、 $P_c$ 、 $P_i$ を見出し、これらの範囲内に引き上げ速度を制御して結晶成長を行なって、本発明品質のシリコン単結晶およびシリコン単結晶ウエーハを得ることができる。しかも、引き上げ速度の制御であるから、通常の引き上げ装置で行なわれているものを用いれば良く、本発明の実施に当って特別な装置を用いる必要は必ずしもない。

【0047】ただし、図2のようになるのは、炉内保温構造が最適化された場合であるが、現実には遷移引き上げ速度 $P_c$ および $P_i$ は結晶の径方向で変化する場合が多い。このように遷移引き上げ速度が結晶の径方向で変化するもののうち、異なる典型例を示したのが図4(a) (b) (c)である。これらは3種類の異なる炉内保温構造を有し、それぞれ上述した方法により、結晶半径をx軸とし、引き上げ速度をy軸として結晶欠陥の分布図を求めたものである。

10 【0048】これらの炉内の保温構造の相違を表す指標として、FEMAG シミュレーションソフトによって求めた、シリコン融液と結晶との界面直上の結晶成長軸方向温度勾配 $G$ を用いる。その結晶表面(周辺部)の値( $G_s$ )と結晶中心の値( $G_c$ )の差 $\Delta G$ の結晶中心の値と結晶表面の値の小さい方の値に対する比を $\eta$ とすると、それぞれその値が大きく異なることがわかった。

【0049】すなわち、図4(a)は、結晶表面の成長軸方向温度勾配が結晶中心の成長軸方向温度勾配よりも大きい場合で、 $\eta = 0.357$ である。図4(b)は、結晶表面の成長軸方向温度勾配が結晶中心の成長軸方向温度勾配よりもわずかに大きい場合で、 $\eta = 0.091$ である。図4(c)は、結晶表面の成長軸方向温度勾配が結晶中心の成長軸方向温度勾配よりも小さい場合で、 $\eta = -0.362$ である。

20 【0050】これを見ると、図4(a)の場合には、結晶半径方向の全域にわたって、領域Dの中に入る引き上げ速度はない。図4(b)に示した場合、すなわち、 $\eta$ が正で小の場合に図2の理想分布に近くなる。図4(c)の場合には、(a)と同様に、結晶半径方向の全域にわたって、領域Dの中に入る引き上げ速度はない。

30 【0051】このように、原子空孔過剰であるが成長欠陥のない領域から格子間シリコン原子過剰であるがその凝集体のない領域への遷移点が結晶の径方向によって変化する場合には、その遷移点に対応する遷移引き上げ速度の中で最も小さい遷移引き上げ速度( $P_{c,min}$ )と、格子間シリコン原子過剰であるがその凝集体の存在しない領域から格子間シリコン原子の凝集体が存在する領域への遷移点に対応する遷移引き上げ速度の中で最も大きい遷移引き上げ速度( $P_{i,max}$ )との間で制御しながら結晶を育成するようとする必要がある。

40 【0052】そして、図4(b)に示した例に比較的近い $\eta$ の値を与える炉内保温構造について、数多く調べたところ、結晶半径方向の全域にわたって、領域Dの中に入る引き上げ速度が存在するためには、その遷移点に対応する遷移引き上げ速度の中で最も大きい遷移引き上げ速度( $P_{c,max}$ )と最も小さい遷移引き上げ速度( $P_{c,min}$ )との差の $P_{c,min}$ に対する割合を0%~7%とすることが必要であることが判明した。

50 【0053】また、結晶半径方向の全域にわたって、領域Dの中に入る引き上げ速度が存在する条件を、結晶成

長軸方向温度勾配の条件で言うと、シリコン融液と結晶との界面直上の結晶成長軸方向温度勾配の半径方向での最大値Gmaxと最小値Gminとの差のGminに対する割合を20%以下とすることが必要であることが判明した。

【0054】すなわち、図5は、いろいろな炉内保温構造において、引き上げ速度を一定の変化量で漸次減少させて結晶を育成し、領域Dを実現する引き上げ速度範囲 $\Delta P = P_{c,\min} - P_{i,\max}$ と $\eta$ との関係を調べた結果を表す図である。この図を見ると、 $\eta$ が正であるか負であるかを問わず、20%以下でなければ、 $\Delta P$ が0になってしまふことがわかる。

【0055】そして、結晶成長中、結晶全長にわたって、引き上げ速度PをPcとPiの間、あるいはPc,minとPi,maxの間に制御しつつ引き上げれば、1本の単結晶棒の全部が本発明の格子間シリコン原子過剰であるがその凝集体の存在しない領域のみの結晶とすることができる。

【0056】こうして得られる、本発明のシリコン単結晶およびシリコン単結晶ウエーハは、全域において格子間シリコン原子が過剰に含有されているために、過剰な原子空孔に起因する異常酸素析出が起こらず、熱処理による酸素析出量が初期酸素濃度だけによって決まる酸素析出挙動を示す。したがって、初期酸素濃度を規定することによって、デバイスプロセスの熱処理工程で形成される酸素析出量を決めることができるために、酸素析出量のばらつきを低減することができる。また、過度に酸素析出が起こるウエーハを含んでいないために、デバイス熱プロセスの設計が容易になる。

【0057】これに加えて、原子空孔の凝集体であるFPDや格子間シリコン原子の凝集体であるLEP（転位ループおよびそのクラスターと考えられている）の成長欠陥と酸化誘起積層欠陥の核を含まないために、デバイスの接合リーキ不良および酸化膜の耐圧不良が低減される。当然、酸素析出量が制御し易いために、過度の酸素析出を排除でき、酸素析出物起因の接合リーキ不良と酸化膜耐圧不良も低減することができる。

【0058】ところで近年、表層近傍の酸素析出物を溶解するために、水素雰囲気中高温熱処理が施されることがあるが、高温であるためにウエーハに臨界せん断応力以上の熱応力がかかりスリップという転位が形成されたり、熱処理炉内の部材からの金属汚染が起こり、歩留まりが低く生産性に問題がある。また水素雰囲気中高温熱処理によっては、表面から数ミクロンの深さまでの成長欠陥FPD（COPともいう）が消滅するだけである。しかも、成長欠陥LEPは、この水素熱処理では表層においても消滅しない。したがって、本発明のウエーハは、このような水素雰囲気中高温熱処理を施したウエーハよりも高品質である。

【0059】一方、本発明では、育成された結晶中の酸素析出核が比較的少なく、その後の熱処理による酸素析

出も抑制されるために、酸素析出物を利用するイントリシックゲッタリング法には不適切と考えるかもしれない。しかし、一般にウエーハ作製工程では、結晶冷却中に形成される酸素ドナーを消去するために650°C等の低温によって熱処理が施されることによつて、デバイス熱プロセス中に必要な酸素析出量を調整することができるため全く問題とはならないし、近年のデバイスプロセスはよりクリーン化しており必要酸素析出量も減少している。しかも、650°Cの熱処理時間を決定する際に、本発明のウエーハならば酸素析出量のばらつきが小さいために、初期酸素濃度さえ測定しておけば、一義的に熱処理時間を設定できるという効果もある。

【0060】本発明のシリコン単結晶の製造方法では、解析機関によって異なる値を与える温度勾配Gを用いなくとも済むために、共通性と一般性がある。すなわち、引き上げ速度を漸次減少させて結晶を育成して、結晶半径方向位置と引き上げ速度に対する欠陥分布を調べ、Pc, Pi, Pc,max, Pc,min, Pi,max, Pi,minなどを求めれば、これを単純に相対比較することができる。全く新しく設計される、引き上げ装置、炉内保温構造に対しても、同様に引き上げ速度を漸次減少させて結晶を育成して、結晶半径方向位置と引き上げ速度に対する欠陥分布を調べ、 $\Delta P = P_{c,\min} - P_{i,\max}$ の大小によって本発明のシリコン単結晶の製造へのその装置、炉内保温構造の適合、不適合を判定できる。また、図5に示したように、 $\Delta P = P_{c,\min} - P_{i,\max}$ と $\eta = (G_s - G_c) / \min\{G_s, G_c\}$ との関係から、 $\Delta P$ を大きくするためには、GcあるいはGsを大きくすべきか小さくすべきかが判定でき、より理想的な引き上げ装置、炉内保温構造を設計することが容易になる。

【0061】一般に、結晶の成長とともに、引き上げ速度PをPcとPi、あるいは、Pc,minとPi,maxの間で、一定にするか、あるいは徐々に小さくすることによって、結晶全長にわたって本発明のシリコン単結晶を製造することができる。これは、結晶の成長とともに、より結晶が冷えにくくなるために、成長軸方向界面直上温度勾配Gが一定になるか、相対的に小さくなることから、前述のボロンコフ提唱理論の中のパラメーターP/Gがほぼ一定になると関係していると考えられる。すなわち、温度勾配Gは結晶成長とともに一定であるか、小さくなるため、引き上げ速度Pも結晶成長とともに、一定にするか、徐々に小さくする必要があるものと考えられる。

#### 【0062】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態を、実施例を挙げて説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

#### 【0063】

【実施例】以下に本発明の実施例を説明する。まず、本実施例で使用したCZ法による単結晶引き上げ装置の構

成例を図6により説明する。図6に示すように、この単結晶引き上げ装置30は、引き上げ室31と、引き上げ室31中に設けられたルツボ32と、ルツボ32の周囲に配置されたヒータ34と、ルツボ32を回転させるルツボ保持軸33及びその回転機構(図示せず)と、シリコンの種結晶5を保持するシードチャック6と、シードチャック6を引き上げるケーブル7と、ケーブル7を回転又は巻き取る巻取機構(図示せず)を備えて構成されている。ルツボ32は、その内側のシリコン融液(湯)2を収容する側には石英ルツボが設けられ、その外側には黒鉛ルツボが設けられている。また、ヒータ34の外側周囲には断熱材35が配置されている。

【0064】また、本発明の製造方法に関わる製造条件を充足するために、結晶の固液界面の外周に環状の固液界面断熱材8を、整流筒9の下端部に設けている。この固液界面断熱材8は、その下端とシリコン融液2の湯面3との間に3~10cmの隙間10を設けて設置されている。また、引き上げ室31の水平方向外側には、シリコン融液に磁場を印加して対流を抑制する、磁石36が配置されている。

【0065】上記図6のような装置を用い、直径22インチの石英ルツボにシリコン多結晶原料を110kg充填し、石英ルツボの外側に設置されたグラファイト製ヒータに通電して、シリコン原料を溶融した。結晶への輻射熱遮蔽用とガス整流用に、シリコン融液上方に設置された固液界面断熱材8の下端とシリコン融液2の湯面3との距離を5cmに設定した。

【0066】そして、シリコン単結晶の種結晶5の先端をシリコン融液に浸漬し、なじませた後、種結晶を徐々に引き上げ、種結晶に連なりネック部と呼ばれる部位を作製し、次いで直径を徐々に広げ所望の直径になった時点で、直径の増大を止め、一定の直径で成長させた。このときの所望の直径は200mmとした。

【0067】所定の直胴長さになった時点で、引き上げ速度を0.7mm/minから、単位長さあたりの引き上げ速度の変化量 $\alpha$ を0.005mm/min/cmとして、徐々に引き上げ速度Pを下げた。結晶育成中は、融液と固液界面断熱材8との間隔を一定に保つように石英ルツボを徐々に押し上げた。また、融液対流による温度変動を抑え引き上げ速度の変動を抑制するために、育成中は4000Gの水平磁場を印加した。このときの炉内保温構造について、FEMAGによる伝熱解析より求めた融液直上成長軸方向の温度勾配は、結晶表面で最も大きく、結晶中心で最も小さく、 $\eta = (G_s - G_c) / \min \{ G_s, G_c \}$  の値は0.093であった。

【0068】結晶育成後、結晶成長軸と平行に直径位置で、厚さ2mmの試料を2枚切り出した。この試料を、フッ酸(HF)と硝酸(HNO<sub>3</sub>)からなる混酸溶液中に浸漬し、切断時に導入された加工歪みを除去した。そして、一枚については、セコエッティングによる選択エッティング

を30分間施すことによって、成長欠陥を腐食させ、成長欠陥のFPD(原子空孔の凝集体)とLEP(格子間シリコン原子の凝集体)の密度を検査した。残る一枚については、800°C/4h(N<sub>2</sub>)+1000°C/16h(O<sub>2</sub>)の析出熱処理を施した。析出熱処理については、いろいろなシーケンスがあるが、成長したままの結晶に含まれる酸素析出核の密度を保存して成長させるためには、このシーケンスが最も適している。この析出熱処理後に少数キャリアのライフタイムを調べ、X線トポグラフ撮影を行った。

【0069】欠陥の領域と酸素析出量の高低に対応するX線トポグラフのコントラストの強弱から求めた欠陥分布図を図7に示す。図7において、縦軸は結晶の成長軸方向の位置、換言すればその位置に対応する引き上げ速度を表す。横軸は結晶の半径方向の位置を表す。領域Aは成長欠陥FPDの領域、領域BはリングOSFの領域、領域Cは無欠陥であるが酸素析出量の高い領域、領域Dは無欠陥であり、かつ酸素析出量の低い領域(本発明品質領域)、領域Eは酸素析出がわずかに起こる領域、領域Fは成長欠陥LEPの領域である。

【0070】図7には、ライフタイムの測定結果も併記したが、領域Cのライフタイムは高密度の酸素析出物の存在を反映して最も低い。一方、領域Dでは無欠陥であることと、酸素析出物の形成が抑制されていることを反映してライフタイムは最も高い。

【0071】この図7から、領域Cと領域Dの境界、すなわち、原子空孔過剰であるが成長欠陥FPDのない領域と格子間シリコン原子過剰であるがその凝集体のない領域の境界のうち、最も遅く現れる点に対応するPc,minが求まる。また、領域Dと領域Fとの境界、すなわち、領域Eに相当する境界のうち、最も早く現れる点に対応するPi,maxが求まる。この場合、Pi,maxは結晶中心部での値である。こうして求められた具体的な値は、それぞれPc,min = 0.504 mm/min, Pi,max = 0.488 mm/min, Pc = 0.510 mm/minであった。

【0072】次に、上記と同じ引き上げ装置、炉内保温構造において、引き上げ速度を上で得られたPc,min = 0.504 mm/minとPi,max = 0.488 mm/minの間に制御しつつ結晶を育成した。できた結晶を上記と同様にして成長欠陥を調べたところ、引き上げ速度が制御された結晶直胴の全域が、成長欠陥とリングOSFの核のない無欠陥で酸素析出が抑制された領域Dになっていることを確認できた。この結晶から採取された試料の酸素析出量は図3の黒丸で示されている。

【0073】なお、本発明は、上記実施形態に限定されるものではない。上記実施形態は、例示であり、本発明の特許請求の範囲に記載された技術的思想と実質的に同一な構成を有し、同様な作用効果を奏するものは、いかなるものであっても本発明の技術的範囲に包含される。

【0074】例えば、上記実施形態においては、直径8

インチのシリコン単結晶を育成する場合につき例を挙げて説明したが、本発明は引き上げる結晶の直径にかかわらず適用出来るもので、直径6インチ以下、あるいは、直径8~16インチあるいはそれ以上のシリコン単結晶の育成においても適用でき、効果を奏するものであることは言うまでもない。

【0075】また、本発明は、引き上げ速度の制御ができれば、いかなる引き上げ装置、炉内構造の装置においても適用可能であり、シリコン融液への磁場の印加の有無も問われない。また、磁場を印加する場合においても、印加される磁場は水平磁場に限られるものではなく、いわゆる縦磁場、カスプ磁場等を印加する場合にも適用できる。また、本発明品質であるD領域のみの結晶を製造するには、引き上げ速度だけを制御する場合のみならず、合わせて結晶中温度勾配Gあるいはその他の因子を制御するようにしても良く、本発明はこのような制御をする場合を排除するものではない。

【0076】

【発明の効果】以上説明した通り、本発明のシリコン単結晶およびシリコン単結晶ウエーハは、結晶冷却中に形成される点欠陥の凝集体である成長欠陥(FPD、COPと呼ばれる空洞と転位ループおよびそのクラスター)および酸化誘起積層欠陥の核を全域にわたって含まないために、酸化膜耐圧不良や接合リーキ不良が低減されることに加えて、全域が格子間シリコン原子過剰になっていることから異常(高密度)酸素析出が起こらないために、ウエーハ間の酸素析出量のばらつきがなくデバイス熱プロセスの設計が容易になるとともに、高密度な酸素析出物が起こらないために、それに起因する接合リーキ不良が起こらない。したがって、高集積度の半導体素子の生産歩留まりの向上に貢献する。また、本発明のシリコン単結晶の製造方法では、シミュレーションから求める温度勾配Gの値を用いざとも、引き上げ速度だけで本発明のシリコン単結晶の実現条件を規定するため、本発明のシリコン単結晶の製造方法には共通性と一般性があり、広く利用できるという特徴があり、工業生産上大きな寄与をする。

## 【図面の簡単な説明】

【図1】リングOSF領域とLEP(転位ループとそのクラスター)領域との間に無欠陥領域の存在を示すデータのスケッチ図である。

【図2】引き上げ速度を一定の変化量で漸次減少させて育成した結晶について、横軸を結晶半径方向の位置とし

て、縦軸を引き上げ速度(結晶直胴部の位置)として欠陥分布を描いた一例図である。

【図3】図2に示した無欠陥領域のうち領域Cと領域Dに適合する引き上げ速度で育成された結晶から採取された試料の酸素析出挙動を示した図である。領域Cが白丸、領域Dが黒丸で表されている。

【図4】3種類の炉内保温構造において、引き上げ速度を一定の変化量で漸次減少させて育成した結晶について、横軸を結晶半径方向の位置として、縦軸を引き上げ速度(結晶直胴部の位置)として欠陥分布を描いた図である。(a)は結晶表面の成長軸方向温度勾配が結晶中心の成長軸方向温度勾配よりも大きい場合、(b)は結晶表面の成長軸方向温度勾配が結晶中心の成長軸方向温度勾配よりもわずかに大きい場合、(c)は結晶表面の成長軸方向温度勾配が結晶中心の成長軸方向温度勾配よりも小さい場合である。

【図5】いろいろな炉内保温構造において、引き上げ速度を一定の変化量で漸次減少させて結晶を育成し、図2の領域Dを実現する引き上げ速度範囲 $\Delta P = P_c \cdot \min - P_i \cdot \max$ と $\eta$ との関係を調べた結果を表す図である。

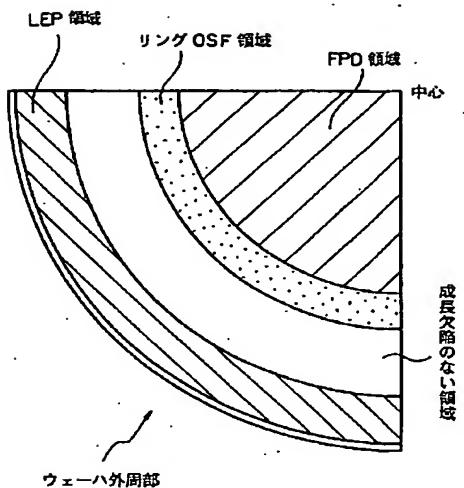
【図6】実施例で使用したCZ法による単結晶引き上げ装置の構成例図である。

【図7】実施例で得られた欠陥分布図とライフタイムの値である。

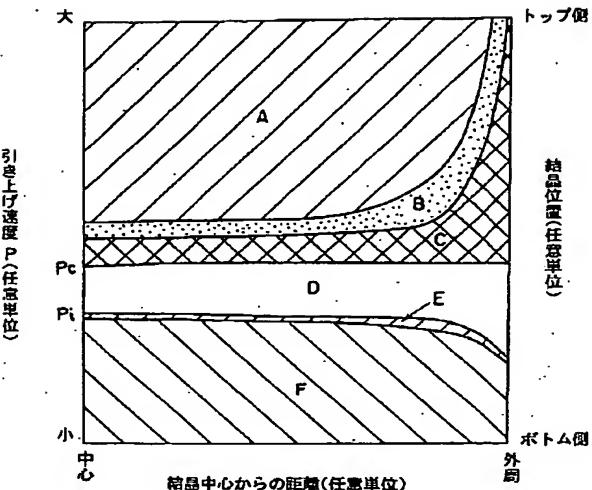
## 【符号の説明】

- 1…成長単結晶棒、
- 2…シリコン融液、
- 3…湯面、
- 4…固液界面、
- 5…種結晶、
- 6…シードチャック、
- 7…ケーブル、
- 8…固液界面断熱材、
- 9…整流筒、
- 10…湯面と固液界面断熱材下端との隙間、
- 30…単結晶引き上げ装置、
- 31…引き上げ室、
- 32…ルツボ、
- 33…ルツボ保持軸、
- 34…ヒータ、
- 35…断熱材、
- 36…磁石。

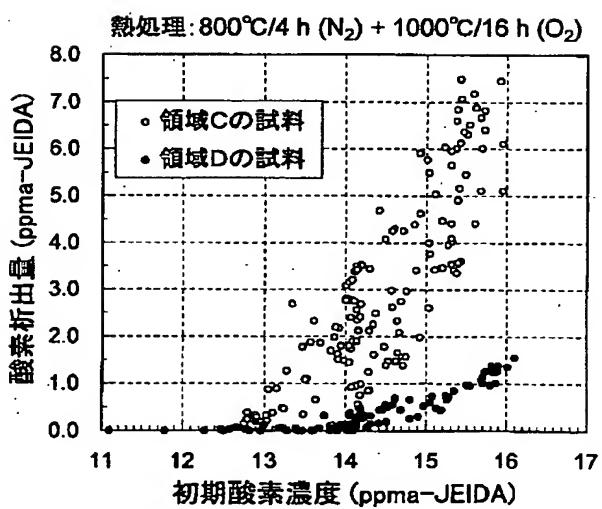
【図1】



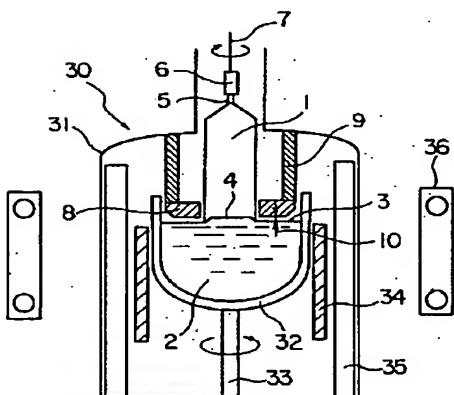
【図2】



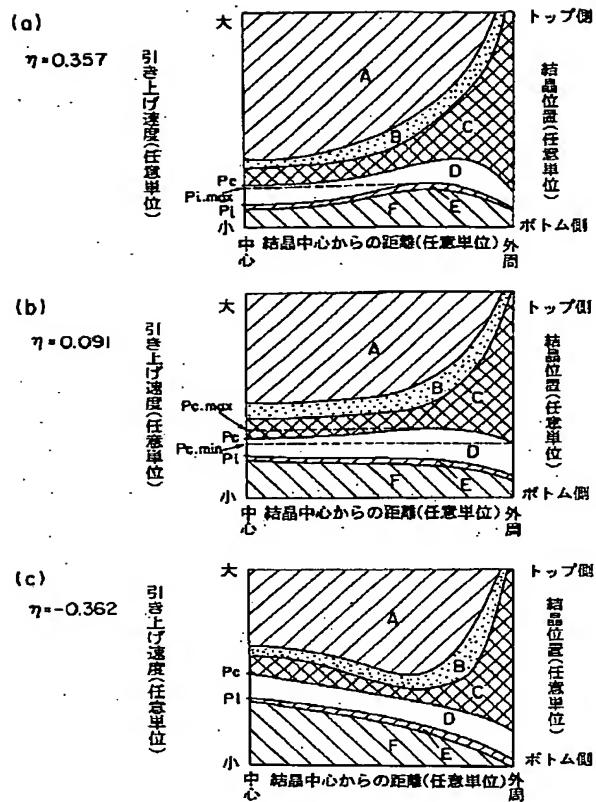
【図3】



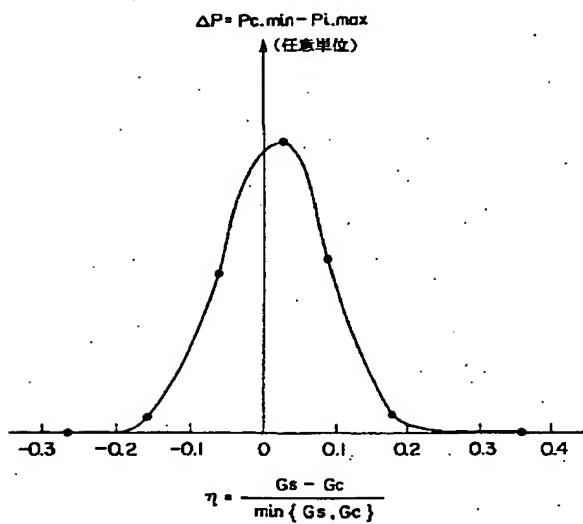
【図6】



【図4】



【図5】



【図7】

